(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開2002-201202

(P2002-201202A)

(43)公開日 平成14年7月19日(2002.7.19)

| (51) Int.Cl. ⁷ | | 識別記号 | FΙ | | テーマコード(参考) |
|---------------------------|-------|------|---------|-------|------------|
| C 0 8 B | 15/04 | | C 0 8 B | 15/04 | 4 C 0 9 0 |
| D06M | 15/09 | | D 0 6 M | 15/09 | 4 L 0 3 3 |
| D 2 1 H | 17/26 | | D 2 1 H | 17/26 | 4 L 0 5 5 |
| | 21/10 | | | 21/10 | |

審査請求 未請求 請求項の数2 〇L (全6頁)

| | | 奋 宜 | 不開水 開水場の数2 しし (主 0 貝) | | |
|----------|-----------------------------|-------------|-----------------------|--|--|
| (21)出願番号 | 特願2000-402566(P2000-402566) | (71)出願人 | 000183484 | | |
| | | | 日本製紙株式会社 | | |
| (22)出願日 | 平成12年12月28日(2000.12.28) | | 東京都北区王子1丁目4番1号 | | |
| | | (72)発明者 | 細川 幸司 | | |
| | | | 島根県江津市江津町1280 日本製紙株式会 | | |
| | | | 社内化成品開発研究所内 | | |
| | | (72)発明者 | 花田 宣弘 | | |
| | | | 島根県江津市江津町1280 日本製紙株式会 | | |
| | | | 社内化成品開発研究所内 | | |
| | | (74)代理人 | | | |
| | | (-, (-, | 弁理士 河澄 和夫 | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | 最終頁に続く | | |
| | | | 取代貝に航へ | | |

(54) 【発明の名称】 カチオン化カルボ キシメチルセルロースナトリウム塩

(57)【要約】

【解決手段】 かば キシメチル基の置換度が パコース残基当たり 0.4~2.0、かつが おン基の置換度が パコース残基当たり 0.0~1.0であることを特徴とするか オン化かば キシメチルセルロースナトリウム塩。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 かば キシメチル基の置換度が ク゚ ルコース残基当たり0.4~2.0、かつがオン基の置換度が ク゚ ルコース残基当たり0.01~1.0であることを特徴とするかイン化かば キシメチルセルロースナトリウム塩。

【請求項2】 かば キシメチル基の置換度(CM-DS)とかチオン基の 置換度(CT-DS)が下記式1を満たす請求項1記載のかチオン化か ルボ キシメチルセルロースナトリウム塩。

 $0.01 \le (CT-DS/CM-DS) \le 0.5$ ···式 1

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明はかわれれがもシメチルセルロースナトリウム塩(以下、かわんCMCと略す)に関するものである。なお、かかんCMCは、増粘剤、凝析剤、凝集剤、定着剤、分散安定剤、洗濯用仕上げ剤、泥水用調整剤、製紙における歩留まり向上剤、戸水性向上剤、繊維および繊布等における帯電防止剤、手触り改良剤、化粧品、シャンプー、リンス、トリートメント等の配合剤、糊剤、接着剤、インク等の配合剤等として使用できる。

[0002]

【従来の技術】従来より、かがもシメチルセルロースナトリウム塩(以下、CMCと略す)は、たれ性の水溶性高分子として、増粘性、接着性、分散性、乳化安定性、保護コロイド性、フィルム形成性等の特徴を有すため、食品工業、医薬品工業、化粧品工業、繊維工業、製紙工業等、広範な分野で使用されている。

【0003】CMCの耐薬品性、分散安定性、保護コロイ 性、チキソトロピー性等の物性を大きく左右する因子として、 カルポキシメチル化反応の均一性が挙げられる。即ち、溶媒法 によるCMCの製造法は、先ずセルロースにアルカリを作用させてアル カリセルロースを調製し、その後エーテル化剤としてモノクロル酢酸を添 加して、エーテル化反応を行うのが一般的である。

【 O O O 4 】しかし、アルカリセルロースを調製後にモノクロル酢酸をエーテル化剤として使用する場合、強酸に近いモノクロル酢酸と強アルカリであるアルカリセルロース中の水酸化ナトリウムが急激に中和反応を起こし、それにより発生する中和熱によって系内の温度が局部的に上昇し、モノクロル酢酸添加中不均一にエーテル化反応が進行するため、カルポキシメチル基が不均一に置換される結果となっていた。

【0005】そこで、CMCの耐薬品性、分散安定性、保護知作性、持りられた性等の物性を改良させるために、カルドキンメが化反応を均一に行うことで対処する試みがなされてきた(特公昭60-35361号公報等)。特公昭60-35361号公報では、アルがを含むアルコール水溶液中でも比較的安定で加水分解速度の遅いエーテル化剤として、CMCの反応溶媒として最も一般的に使用されるイソプロピルアルコールのモノクロル酢酸エステル(モノクロル酢酸イソプロピル)を用いて、CMCの製造を行う方法が提示されている。

【0006】しかし、この方法で、モノクロル酢酸イソプロピルを得るためには、ベンゼンなどの溶媒の存在下、モノクロル酢

酸をイソプロピルアルコールで煮沸する程の温度で、20~24時間 反応させなければ95%程度のエステル化率のものが得られな いなど、その調製は煩雑であり、また長時間を要する等 の問題があった。

【 0 0 0 7 】また、エーテル化剤として、塩タイプであるモノクロ M酢酸ナトリウムを使用する方法も考えられる。しかし、モノクロ M酢酸と比較し、添加時の中和反応に起因する発熱は生じないものの、反応効率の低下を招く水以外の溶媒に殆ど溶解しないこと、また高価であるという問題点があった。

【0008】一方、特公昭45-20318号公報には、第4級 窒素含有セルロースエーテルとして、かがキシル基とかが基を併せ持 つセルロース誘導体を提示している。しかし、定着剤や表面 改質剤として満足できるものではなかった。

[0009]

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記のような従来技術の問題を解決するために創案されたものであり、CMCの物性改良品として、定着剤や表面改質剤として優れた性能を有するがか化CMCを提供することにある。

[0010]

【発明を解決するための手段】本発明者等は、CMCの耐薬品性、分散安定性、保護コロド性、チキメトロピー性等の物性改良について鋭意検討を重ねた結果、セルロースに特定割合のカルポキシメチル基とカチオン基を導入することで、アニオン性の水溶性高分子であるCMCでは有さない物性を発現することを見出し、この知見に基づいて本発明を成すに至った。

【 O O 1 1 】即ち、本発明は、かば キシメチル基の置換度(CM -DS)が が ハ ユー ス 残基当たり 0.4~2.0、かつ カチオン基の置換度(CT-DS)が が ハ ユー ス 残基当たり 0.01~1.0 であることを特徴とする カチオン化CMC に関するものである。

[0012]

【発明実施の形態】本発明のかおソ化CMCは、CMCを発底原料としかがソ化反応を行うか、セルースを発底原料としがおソ化反応、次いでかば、キシメチル化反応を行うか、かチオン化反応とかば、キシメチル化反応を同時に行うことで製造される。即ち、かチオン化反応はかば、キシメチル化反応の前後または同時のどの時期で反応しても良い。

【0013】セルロース原料としては、晒または未晒木材がルア、精製リンター、酢酸菌等の微生物によって生産されるセルロース等の天然セルロースや、セルロースを銅アンモニア溶液、モルギリン誘導体等何らかの溶媒に溶解し、改めて紡糸された再生セルロース、および上記セルロース系素材を酸加水分解、アルが加水分解、酵素分解、爆砕処理、振動ボールシル処理等によって解重合処理した微細セルロースまたは機械的に処理した微細セルロースが例示される。

【 O O 1 4 】 CMCは溶媒法または水媒法いずれかの方法で製造された市販品だけでなく、公知のカルポキシメチル化方法、例えば、上記セルロース原料を水酸化ナトリウムなどのアルカリで

マーセル化し、次いでモノクロル酢酸またはモノクロル酢酸ナトリウムでエーテル化後に得られた未乾燥未精製CMCも使用可能である。また、カチオン化したセルロースをかばキシメチル化することも、上記の方法で同様にすることができる。

【0015】本発明では、CM-DSが0.4~2.0であるCMCを用いる。この範囲を外れると、定着性、表面改質性において効果が得られない。0.4未満であれば、CMCとしての特徴が見られず、2.0を越えると、アニヤ化度が強くなり過ぎ、が水基導入の効果が得られないために好ましくないからである。更に好ましくは、0.6~1.8である。

【0016】かが火化反応は、上記セルロースまたはCMCを発底原料に対し、3~20重量倍の低級アルコール、具体的にはメタノール、エタノール、ロープ・ロビ・ルアルコール、イソフ・ロビ・ルアルコール、ローフ・タノール、イソフ・タノール、第3級フ・タノール等の単独、または2種以上の混合物と水の混合媒体と発底原料のグ・ルコース残基当たり0.01~15倍モルの水酸化アルが金属、具体的には水酸化ナトリウム、水酸化がウムを使用し、低級アルコールと水の合計に対する低級アルコールの割合が75~95重量%からなる組成の混合媒体中で発底原料をマーセル化処理後、かが入れ剤を発底原料のグ・ルコース残基当たり0.01~5.0倍・砂添加し、反応温度30~90℃、好ましくは40~80℃、かつ反応時間30分~10時間、好ましくは1時間~4時間反応させ、CT-DSが0.01~1.0になるように調節する。

【0017】本発明に使用するがオン化剤としては、グリシジルトリアルキルアンモニウムハライドあるいはそのハロヒドリン型のものが使用できる。それらを例示するならば、グリシジルトリメチルアンモニウムクロライド、グリシジルトリメチルアンモニウムクロライド、グリシジルトリメチルアンモニウムクロライド、グリシジルトリメチルアンモニウムクロライド、グリシジルトリメチルアンモニウムクロライド、グリシジルトリメチルアンモニウムプロミド等が挙げら、3-クロロ-2-tドロキシプロピルトリメチルアンモニウムプロミド等が挙げられる。この添加量は所望するCT-DSにより任意に選択されるが、原料セルロースもしくはCMCのグルコース残基当たり0.01~5.0倍モル、好ましくは0.05~3.0倍モルが適当である。がが化剤の添加量が原料のグルコース残基当たり0.01倍モル未満であれば、導入されるがオン基の置換度が低くなり、原料のグルコース残基当たり5.0倍モルを越えると、カチオン性が強くなり過ぎカルボキシメチル基とカチオン基のバランスが崩れ、物性低下に繋がり好ましくない。

【0018】また、がわれ反応の触媒として、水酸化計りな、水酸化がりなのような水酸化アルが金属をかわれれ剤の種類に応じて適宜添加される。触媒量は、かわれれ剤が第4級エボキサイドの場合、かがれれ剤1モル当たり0.01~1.0モルであるが、がわれれ剤が第4級ハロヒドリンの場合、がわれれ剤1モル当たり1.0~3.0モルである。触媒量が0.01モル(第4級エボキサイド使用時)もしくは1.0モル(第4級ハロヒドリン使用時)未満の場合、触媒量が少な過ぎて反応速度が低下し実用的ではなく、1.0モル(第4級エボキサイド使用時)もしくは3.0モル(第4級ハロヒドリン使用時)を越えると、副反応が促進されるためと考えられるが、がわれれ剤の有効利用率が著しく低下し好ましくない。よって、反応系内の水酸化アルが金属の含有量が上記範囲になるように、がわれれ剤添加前後に水酸化

アルが金属を添加したり、また鉱酸および有機酸で中和することで触媒量を調節する。

【0019】本発明では、CD-DSが0.01~1.0が好ましい。この範囲を外れると、定着性、表面改質性において効果が得られない。CT-DSが0.01未満であれば、カチオン基導入の効果が得られず、1.0を越えると、カチオン性が強く為り過ぎてカルボキシル基とカチオン基のバランスが崩れるために好ましくないからである。

【0020】特に、本発明のか分ソ化CMCはCM-DSとCT-DSが下記式1の関係になるものがより好ましい。式1の関係を満たす場合が、特にかばキシメが基(アニオン性)とか分となり、特にかが、方とが取れ、定着性、表面改質性等に効果を発揮する。

 $0.01 \le (CT-DS / CM-DS) \le 0.5$ ···式 1

【 O O 2 1 】かがキシメチル化反応およびがおい化反応終了後、残存した水酸化アルが金属を鉱酸または有機酸により中和後、常法により洗浄、精製、乾燥、粉砕することで目的とするがおい化CMCを得ることができる。

【0022】本発明のがか化CMCは、増粘剤、凝析剤、 凝集剤、定着剤、分散安定剤、洗濯用仕上げ剤、泥水用 調整剤、製紙における歩留まり向上剤、沪水性向上剤、 繊維および繊布等における帯電防止剤、手触り改良剤、 化粧品、シャンプー、リンス、トリートメント等の配合剤、糊剤、接着 剤、インク等の配合剤等として使用できる。配合量は、用 途により適宜求めることができる。

[0023]

【実施例】以下、本発明の実施の形態を実施例により説明するが、本発明はこれによって限定されるものではない。なお、配合量を示す「部」はすべて「重量部」を示した。

【 O O 2 4 】 [実施例 1] 回転数を100rpmに調節した二軸ニーゲーに99%イソプロピルアルコール1270部と水酸化ナトリウム85.0部を水192部に溶解したものとを加え、市販の溶解パルプを絶乾で200部仕込んだ。30℃で90分間攪拌、混合しアルカリセルロースを調製後、さらに、攪拌しつつ90%イソプロピルアルコール150部に溶解したモノクロル酢酸87.0部を添加し、30分で70℃に昇温し、90分間反応させた。その後、水酸化ナトリウム5.0部、3-クロロー2-ヒト゚ロキシプロピルトリメチルアンモニウムクロリド50%水溶液46.5部を添加し、さらに70℃で120分間反応させた。反応終了後、80%メタノールで2回洗浄、中和、脱液、乾燥、粉砕し、CM-DS 0.58、CT-DS 0.051のカチオン化CMCを得た。

【 O O 2 5 】 [実施例 2] 回転数を500rpmに調節したせい "ラブルフラスコに99%イソフ" ロビルアルコール680部と水酸化ナトリウム30.0 部を水85.0部に溶解したものとを加え、市販のCMC(サンローズ F300HC、日本製紙製)を絶乾で200部仕込んだ。30℃で90分間攪拌後、さらに、攪拌しつつ3-クロロ-2-ヒドロキシブ。ロビルトリメチルアンモニウムクロリド 50%水溶液140部を添加し、30分で70℃に昇温し、90分間反応させた。反応終了後、80%メタノールで2回洗浄、中和、脱液、乾燥、粉砕し、CM-DS 0.87、CT-DS 0.120のがオン化CMCを得た。

【0026】 [実施例3] 回転数を100rpmに調節した三軸ニーゲーに99%イソプロピルアルスロール1900部と水酸化ナトリウム99.0部を水100部に溶解したものとを加え、市販の溶解パルプを絶乾で200部仕込んだ。30℃で90分間攪拌、混合しアルカリセルロースを調製後、さらに、攪拌しつつ、酢酸70.0部と3-クロロー2-ヒト゚ロキシプロピルトリメチルアンモニウムクロリト゚50%水溶液465部を添加し、30分で70℃に昇温し、90分間反応させた。その後、水酸化ナトリウム138部、モノクロル酢酸ナトリウム430部を添加し、さらに70℃で120分間反応させた。反応終了後、80% メタノールで2回洗浄、中和、脱液、乾燥、粉砕し、CM-DS 1.41、CT-DS 0.313のカチオン化CMCを得た。

【 O O 2 7 】 [比較例 1] 市販CMCとして、サンロース゚F300H C(日本製紙製 CM-DS 0.87)を用いた。

【0028】[比較例2]回転数を100rpmに調節した二 車由ニータ゛ーしこ99%イソフ゛ロヒ゛ルアルコール2500部 と 水酸化ナトリウム199部 を水200部に溶解したものとを加え、市販の溶解パルプを 絶乾で200部仕込んだ。30℃で90分間攪拌、混合しアルカリセ ルロースを調製後、さらに、攪拌しつつ、酢酸145部と3-クロロ -2-ヒドロキシプロピルトリメチルアンモニウムクロリド50%水溶液930部を添 加し、30分で70℃に昇温し、90分間反応させた。反応終 了後、80%メタノールで2回洗浄、中和、脱液、乾燥、粉砕 し、CT-DS 0.723のカチオン化セルロースを得た。このカチオン化セルロー ス200部を発底原料として、再度回転数を100rpmに調節し た二軸ニータ゚ーレこ99%イソプロピルアルコール1900部とフトで酸化ナトリウム9゚ 9.0部を水100部に溶解したものとを加え、30℃で90分間 攪拌、混合後、さらに、攪拌しつつ、酢酸70.0部と3-クロ ロー2ーヒト ロキシフ ロヒ ルトリメチルアンモニウムクロリト 50%水溶液 465部を添 加し、30分で70℃に昇温し、90分間反応させた。その 後、水酸化ナトリウム141部、モノクロル酢酸ナトリウム460部を添加 し、さらに70℃で120分間反応させた。反応終了後、80% メタノールで2回洗浄、中和、脱液、乾燥、粉砕し、CM-DS 1. 41、CT-DS 1.037のカチオン化CMCを得た。

【 O O 2 9 】 [比較例 3] 回転数を500rpmに調節したというアルフラスコに99%イソア ロ ルアルコール950部と水酸化ナトリウム4.5部を水50部に溶解したものとを加え、市販のNa-CMC(サンロース F300HC、日本製紙製)を絶乾で200部仕込んだ。30℃で90分間攪拌後、さらに、攪拌しつつ3-クロロー2-ヒドロキシプ ロ ルトリメチルアンモニウムクロリト 50%水溶液20部を添加し、30分で70℃に昇温し、30分間反応させた。反応終了後、80%メタノールで2回洗浄、中和、脱液、乾燥、粉砕し、CM-DS 0.87、CT-DS 0.009のカチオン化CMCを得た。

【 O O 3 O 】 [比較例4]回転数を100rpmに調節した三軸ニーダーに99%イソプロピルアルコール711部と水酸化ナトリウム53.5部を水89部に溶解したものとを加え、市販の溶解パルプを絶乾で200部仕込んだ。30℃で90分間攪拌、混合しアルカリセルロースを調製後、さらに、攪拌しつつ90%イソプロピルアルコール12 0部に溶解したモノクロル酢酸59.0部を添加し、30分で70℃に昇温し、90分間反応させた。その後、水酸化ナトリウム12.0部、3-クロロー2-ヒドロキシプロピルトリメチルアンモニウムクロリド50%水溶液142部を添加し、さらに70℃で120分間反応させた。反応

終了後、80%メタノールで2回洗浄、中和、脱液、乾燥、粉砕し、CM-DS 0.35、CT-DS 0.114のカチオン化CMCを得た。

【 0 0 3 1 】 [比較例 5] 回転数を100rpmに調節した二 軸ニーダーに99%イソプロピルアルコール2500部と水酸化ナトリウム318部 を水300部に溶解したものとを加え、市販の溶解パルプを 絶乾で200部仕込んだ。30℃で90分間攪拌、混合しアルカリセ 加-スを調製後、さらに、攪拌しつつモノクル酢酸ナトリウム450 部を添加し、30分で70℃に昇温し、90分間反応させた。 反応終了後、80%メタノールで2回洗浄、中和、脱液、乾燥、 粉砕し、CM-DS 1.51のNa-CMCを得た。このNa-CMC200部 を発底原料として、再度、回転数を100rpmに調節した二 軸ニーダー・に299%イソプロピルアルコール2810部と水酸化ナトリウム210部 を水190部に溶解したものとを加え、30℃で90分間攪 拌、混合後、さらに、攪拌しつつモノクロル酢酸ナトリウム298部 を添加し、30分で70℃に昇温し、90分間反応させた。そ の後、水酸化ナトリウム16.0部、3ークロロー2ーヒドロキシプロビルトリメチル アンモニウムクロリド50%水溶液151部を添加し、さらに70℃で120 分間反応させた。反応終了後、80%メタノールで2回洗浄、中 和、脱液、乾燥、粉砕し、CM-DS 2.03、CT-DS 0.107のカ チオン化CMCを得た。

【0032】[試験法]

1) カルポキシメチル化度(CM-DS)の測定方法

以下に示す2種の方法により、CM-DSを求めた。なお、CM-DSが1.0以下の場合は、硝酸メタノール法で、CM-DSが1.0を越える場合は、灰分アルが法で測定した。

<;硝酸メタノール法>;試料約2.0gを精秤して、300m1共栓付き三角7ラスコに入れた。硝酸メタノール(無水メタノール1Lに特級濃硝酸100mlを加えた液)100mlを加え、3時間振とうして、カルバキシメチルセルロースナトリウム(Na-CMC)をかが、キシメチルセルロース(H-CMC)にした。その絶乾H-CMCを1.5~2.0gを精秤し、300ml共栓付き三角フラスコに入れた。80%メタノール15mlでH-CMCを温潤し、0.1N-NaOH100mlを加え、室温で3時間振とうした。指示薬として、フェノールフタレインを用いて、0.1N-H2SO4で過剰のNaOHを逆滴定した。CM-DSは次式によって、算出した。

A= $((100 \times F' - 0.1N - H_2SO_4 (ml) \times F) \times 0.1)$ /H-CMCの絶 乾重量(g)

 $CM-DS=0.162\times A/(1-0.058\times A)$

A:H-CMC1gを中和するのに必要な1N-NaOHの量(ml)

F:0.1N-H₂SO₄ Offactor

F':0.1N-NaOH O) factor

<;灰分アルがリ法>;試料約0.5gを精秤し、白金皿に入れ、電熱器上で炭化した。その後、電気炉(750±25℃)で1~2分灼熱した。冷却後、温水で可溶分を抽出し、さらに温水で洗浄しながら、完全に可溶分をビーかへ移した。温水可溶分に0.1N-H₂SO₄100mlを加え、10分間煮沸後、冷却し、指示薬としてフェノールフタレインを用いて、0.1N-NaOHで過剰のH₂SO₄を滴定した。なお、CM-DSは、次式によって算出した。

A=(100×F'-0.1N-NaOH(ml)×F)/試料の絶乾重量(g)

 $CM-DS=162\times A/(1000-80\times A)$

F:0.1N-H₂SO₄ Ø) factor

F': 0.1N-NaOH Ø) factor

【0033】2)かが小化度(CT-DS)の測定方法 がが一ル分析法に従い、窒素含有量を測定し、CT-DSを次 式によって、算出した。なお、次式はかが火化剤として、 がリシジルトリメチルアンモニウムハライドあるいはそのハロレドリン型を用い た場合の式である。

CT-DS=(162+80×(CM-DS))×B/(1400-133.1×B) B: 窒素含有量

【0034】3)耐薬品性試験

1000mlt'-カーに純水990gを注ぎ、トライアングル攪拌棒を用いて攪拌しながら、精秤したカチオン化CMC(無水物)10gを添加し、完全に溶解させた。溶解後、液温を25±0.2℃に調整し、BM型粘度計(東京計器社製)を用いて、回転数30rpm、3分間後の粘度ヵ1を読みとった。また、1000mlt'-カーに4%食塩水990gを注ぎ、トライアングル攪拌棒を用いて攪拌しながら、精秤したがチネン化CMC(無水物)10gを添加し、完全に溶解させた。溶解後、液温を25±0.2℃に調整し、BM型粘度計(東京計器社製)を用いて、回転数30rpm、3分間後の粘度ヵ2を読みとり、粘度変化率、即ちヵ2/ヵ1を計算し、耐薬品性の指標とした。なお、ヵ2/ヵ1の値が1に近いほど、耐薬品性は良好である。

【0035】4)表面改質性試験

カチオン化CMC5部、濃が リセリン1部、エタノール10部、メチルバ ラベン0.1 部、香料および精製水からなる原液(100部)に1,2-ジ メトキシエタンを加え、1,2-ジ メトキシエタン/原液が30/70である組成の

毛髪化粧料(スプレー剤)を定法により製造した。長さ18cm、重さ10gの毛髪束を水で濡らし、タオルドライした後、上記毛髪化粧料を2g塗布し、直径2cmのロッドに巻いた後、自然乾燥させた。この毛髪束について、10名のパネラーが下記の基準で感触(手触り感)を評価した。

◎:未塗布毛より非常に良い、○:未塗布毛より良い、△:未塗布毛と変わらない、×:未塗布毛より悪い【0036】5)定着性試験

広葉樹晒クラフトパルプを実験用ナイアガラビーターで沪水度を480m 1CSF (カナダ標準フリーネス)に調成した。2%濃度のパルプスラリー に、スリーワンモーターにて450rpmの速度で攪拌しながら、濃度1 %カチオン化CMC水溶液の状態でカチオン化CMCを0.2%、カチオン化澱 粉0.5%、硫酸パンド0.3%、アルキルクテンダイマーを主成分とする 中性抄紙用サイズ剤0.05%、ポリアミド・エピクロルヒドリン樹脂を成 分とする紙力増強剤0.1%、軽質炭酸カルシウム10%、ポリアクリルア ミドを成分とする歩留まり向上剤0.01%を、この順番で添 加し、添加終了後、3分間攪拌を続けた。このパルプ紙料 を用いてTAPPI標準の角形シートマシンで坪量60g/m2の紙を抄 き、ドラム式乾燥機にて120℃3分間乾燥した。この手抄き シートを温度20℃、相対湿度65%にて24時間調湿後、紙の引 っ張り強度(TAPPI T205に準じて測定し、列断長で示す) とステキヒトサイズ度(JIS P8122に準じて測定)を測定した。な お、列断長、ステキヒトサイズ度ともに値が大きいほど良好で あり、製紙用薬剤がパルプへよく定着し、機能を発現し たことを示す。

【0037】 【表1】表1

| | 置換度 | | | 耐薬品性 | 表面 | 定着性 | |
|-----|------|-------|-------|---------|-----|------|-----------|
| | | | | | 改質性 | | |
| | CM- | CT-DS | CT-DS | η 2/η 1 | 感触 | 列断長 | ステキヒトサイス* |
| | DS | | /CM- | | | (km) | 度(秒) |
| | | | DS | | | | |
| 実 1 | 0.58 | 0.051 | 0.088 | 0.75 | 0 | 3.8 | 35 |
| 実 2 | 0.87 | 0.120 | 0.138 | 0.81 | 0 | 3.8 | 37 |
| 実 3 | 1.41 | 0.313 | 0.222 | 0.77 | © | 4.0 | 38 |
| 比 1 | 0.87 | _ | - | 0.57 | Δ | 3.3 | 20 |
| 比 2 | 1.41 | 1.037 | 0.735 | 0.39 | 0 | 3.4 | 24 |
| 比 3 | 0.87 | 0.009 | 0.010 | 0.58 | Δ | 3.2 | 19 |
| 比4 | 0.35 | 0.114 | 0.326 | 0.13 | × | 3.1 | 19 |
| 比 5 | 2.03 | 0.107 | 0.053 | 0.54 | Δ | 3.5 | 22 |

[0038]

【発明の効果】本発明のかれい化CMCは、両性付がリマーとして、耐薬品性、表面改質性、定着性に優れ、これらの物性の釣り合いがとれたものである。従って、増粘剤、凝析剤、凝集剤、定着剤、分散安定剤、洗濯用仕上げ

剤、泥水用調整剤、製紙における歩留まり向上剤、沪水性向上剤、繊維および繊布等における帯電防止剤、手触り改良剤、化粧品、シャンプー、リンス、トリートメント等の配合剤、糊剤、接着剤、インク等の配合剤等として有用である。

【手続補正書】

【提出日】平成13年3月5日(2001.3.5)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0033

【補正方法】変更

【補正内容】

【0033】2)がオン化度(CT-DS)の測定方法

ゲルゲール分析法に従い、窒素含有量を測定し、CT-DSを次式によって、算出した。なお、次式は、ガチオン化剤として グリシジルトリメチルアンモニウムクロライドあるいはそのクロロトドリン型を用いた場合の式である。

 $CT-DS=(162+80\times(CM-DS))\times B/(1400-151.6\times B)$

B:窒素含有量

【手続補正書】

【提出日】平成13年3月5日(2001.3.5)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0033

【補正方法】変更

【補正内容】

【0033】2)がオン化度(CT-DS)の測定方法

ゲルゲール分析法に従い、窒素含有量<u>(%)</u>を測定し、CT-DSを次式によって、算出した。なお、次式は、がオン化剤としてグリシジルトリメチルアンモニウムクロライト、あるいはそのクロロヒト・リン型を用いた場合の式である。

 $CT-DS=(162+80\times(CM-DS))\times B/(1400-\underline{151.6}\times B)$

B:窒素含有量(%)

フロントページの続き

(72)発明者 佐藤 伸治

島根県江津市江津町1280 日本製紙株式会

社内化成品開発研究所内

F ターム(参考) 4C090 AA05 BA29 BB12 BB36 BB52 BB62 BB99 BD06 BD18 BD34

CA28 DA26

4L033 AA01 AA04 AB01 AB03 AB04

AC06 AC12 CA05

4L055 AG46 AH18 AH50 EA29 FA08

FA30